

(54) NON-AQUEOUS EMULSIFIED COMPOSITION

(11) 4-100534 (A) (43) 2.4.1992 (19) JP  
(21) Appl. No. 2-214176 (22) 13.8.1990  
(71) KAO CORP (72) MAKOTO TORITSUKA  
(51) Int. Cl.<sup>3</sup> B01J13/00, A61K7/00, B01F3/08, B01F17/52

**PURPOSE:** To obtain an F/O type non-aqueous emulsified composition excellent in spreadability and stability with the elapse of time and enhanced in the lasting properties of effect by compounding a fluoropolymer having a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule, a liquid org. perfluoro-compound and an oily base material.

**CONSTITUTION:** A fluoropolymer having a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule, a liquid org. perfluoro-compound and an oily base material are compounded to prepare a non-aqueous emulsified composition showing an org. perfluoro-compound in oil type dispersion state. The fluoropolymer has a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule. The org. perfluoro-compound is liquid at room temp. and, for example, perfluoroalkane or perfluoropolyether is designated. As the oily base material, oils and fats, wax, alcohol, higher fatty acid or silicone oil are designated.

⑩ 日本国特許庁 (J P) ⑪ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 平4-100534

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成4年(1992)4月2日  
 B 01 J 13/00 A 6345-4G  
 A 61 K 7/00 N 9051-4C  
 J 9051-4C  
 C 9051-4C  
 A 7224-4G  
 6345-4G  
 B 01 F 3/08  
 17/52

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 非水乳化組成物

⑯ 特 願 平2-214176

⑰ 出 願 平2(1990)8月13日

⑱ 発 明 者 鳥 塚 誠 東京都板橋区熊野町39-6

⑲ 出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

⑳ 代 理 人 弁 理 士 有 賀 三 幸 外2名

PTO 2000-2509

S.T.I.C. Translations Branch

明 細 書

1. 発明の名称

非水乳化組成物

2. 特許請求の範囲

1. (A), (B) 及び (C)

(A) 分子中にパーフルオロアルキル基とアルキル基を有するフッ素系高分子

(B) 液状のパーフルオロ有機化合物

(C) 油性基剤

を含有し、油中パーフルオロ有機化合物型の分散状態を呈する非水乳化組成物。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、パーフルオロ有機化合物相／油相型（以下「F/O型」という）の分散状態を呈する非水乳化組成物に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

従来、乳化物は油相の中に水の滴が分散している油中水型乳化物及び水相の中に油の滴が分散している水中油型乳化物が知られている。これらの

乳化物は化粧料、医薬品、農薬、日用品等として、その目的に応じて、乳液状、クリーム状、固形状などの形態で広く用いられている。

これらのうち、化粧料の分野において利用されている乳化物については、従来、水中油型乳化型化粧料は延びが軽くさっぱりした使用感を有するが汗・水による化粧崩れを発生しやすく化粧持続性に劣り、また油中水型乳化型化粧料は汗・水による化粧崩れには強いが、皮脂による化粧崩れを生じ易く化粧持続性に劣り、更に延びが重くべたつき使用感がよくなかった。また、化粧料のうち、油性化粧料も油中水型乳化型化粧料と同様に汗・水による化粧崩れには強いが、皮脂による化粧崩れを生じ易く化粧持続性に劣り、更に延びが重くべたつきという欠点を有していた。このため、シリコン油を用いた化粧持続性の良い化粧料の開発が行なわれている（特開昭61-40204号、特開昭61-65809号等）。

しかしながら、従来の乳化型化粧料又は油性化粧料にシリコン油を併用しても、経時的に分泌さ

れる皮脂と化粧料とが混合し、化粧崩れを起こしてしまうという欠点があった。このため、化粧塗布膜が汗・水に強く更に皮脂に混和しない高持続性の化粧料の開発が熱望されている。

また、化粧料以外の産業分野で用いられている乳化組成物についても、乳化物が塗布した後の塗布膜の水や油に対する耐久性は必要であり、持続性の高いものが望まれている。

このように、使用時ののびが良く、化粧やその他の効果の持続性が高く、保存安定性の優れた乳化組成物の開発が望まれていた。

〔課題を解決するための手段〕

かかる実情において、本発明者は鋭意研究を行った結果、特定のフッ素系高分子を用い、液状のパーフルオロ有機化合物と油性基剤を乳化することにより、延展性及び経時安定性に優れ、しかも効果の持続性が高い F/O 型非水乳化組成物が得られることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、(A)、(B)及び(C)

(A) 分子中にパーフルオロアルキル基とアル

キル基を有するフッ素系高分子

(B) 液状のパーフルオロ有機化合物

(C) 油性基剤

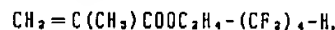
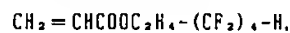
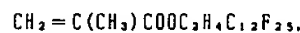
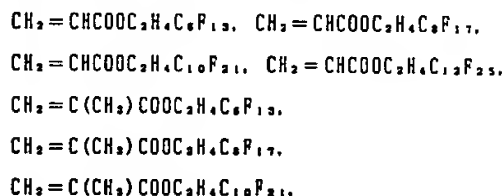
を含有し、油中パーフルオロ有機化合物型の分散状態を呈する非水乳化組成物を提供するものである。

本発明に用いられる(A)成分のフッ素系高分子は、分子中にパーフルオロアルキル基とアルキル基とを有するものであり、分子量500~2,000,000、特に5,000~500,000のものが好ましい。また、フッ素系高分子中に存在するアルキル基中の総炭素原子数(以下、「 $N_1$ 」という)と、パーフルオロアルキル基中の総炭素原子数(以下、「 $N_2$ 」という)の関係は、 $1 \leq N_1/N_2 \leq 30$ を満たしたものが好ましい。これらのフッ素系高分子としては、例えば特開昭55-9619号、同55-29501号、同55-45756号、同58-118882号、同58-118883号、同58-59277号、特開昭61-73712号、同61-289009号公報等に記載されたポリマーを用いることができ、就中、特開昭61-289009号公報に記

載された方法で得られる長鎖アルキル(メタ)アクリレートとフッ化アルキル基を結合している

(メタ)アクリレートとの共重合体が好ましい。

かかる共重合体としては、例えば炭素数16~22のアルキル基を有する(メタ)アクリレートと、炭素数4以上のパーフルオロアルキル基又はポリフルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレートとの共重合体が挙げられる。炭素数16~22のアルキル基を有するアルキル(メタ)アクリレートとしては、例えばセチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等のアルコールと(メタ)アクリル酸とのエステルが挙げられ、また、パーフルオロアルキル基又はポリフルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレートとしては、例えば以下の化合物が挙げられる。



これらの長鎖アルキル(メタ)アクリレートとフッ化アルキル基を結合している(メタ)アクリレートとの共重合比は、10:1~1:5(重量比)、特に7:1~1:1が好ましい。また、この共重合体の分子量は、耐摩擦性、ベタツキ感などの点から1,000~2,000,000、特に10,000~500,000が好ましい。

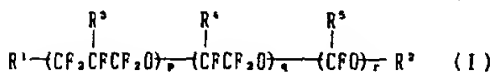
また、サーフロンSC-101、SC-105、S-381及びS-382(以上、旭硝子製)等の市販品を用いることもできる。

これらのフッ素系高分子は、乳化物の種類、目的等に応じて1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に0.1~40重量%(以下、単に「%」で示す)、特に1.0~30%配合するのが好ましい。0.1%未満では、その効果が充分発

揮されず安定な非水乳化組成物が形成できず、40%を超えると、油相の粘度が高くなり使用性を著しく損ねるので好ましくない。

(B) 成分のパーフルオロ有機化合物は、常温で液状のものであり、例えばパーフルオロアルカン、パーフルオロポリエーテルなどが挙げられる。

これらのうち、特に次の一般式 (I)



[式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 及び $R^4$ は同一でも異なってもよく、それぞれフッ素原子、パーフルオロアルキル基又はパーフルオロアルキルオキシ基を、 $R^3$ はフッ素原子又はパーフルオロアルキル基を、 $p$ 、 $q$ 及び $r$ は分子量が500~100,000となる0以上の数を示す。ただし、 $p=q=r=0$ となることはない。]

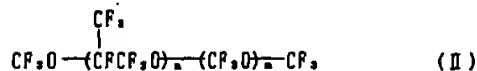
で表わされるパーフルオロポリエーテルが好ましい。なお、ここでカッコ内に示される各パーフルオロ基はこの順で並んでいる必要はなく、またランダム重合でもブロック重合でもかまわない。か

て用いることができ、全組成中に10~95%、特に20~90%配合するのが好ましい。

(C) 成分の油性基剤としては、通常用いられる産業用油性物質であれば特に制限されず、例えば油脂、ロウ、炭化水素、エステル油、高級アルコール、高級脂肪酸、シリコンオイル等が挙げられる。油脂としては、例えばヒマシ油、オリーブ油、アボガド油、パーム油、カカオ油等；ロウとしては、例えば木ロウ、ラノリン、ミツロウ、カルナウバロウ、キャンデリラロウ等；また炭化水素としては例えばベトロータム、流動パラフィン、固形パラフィン、セレンシン、マイクロクリスタリンワックス、スクワラン等；エステル油としては、例えばステアリン酸ブチルエステル、ミリスチン酸オクチルドデシルエステル、ミリスチン酸イソプロピルエステル、ラノリン脂肪酸イソプロピルエステル、ステアリン酸ブチルエステル、ラノリン酸ヘキシルエステル、オレイン酸オレイルエステル、アジピン酸ジイソプロピルエステル、セバチン酸ジイソプロピルエステル等；高級アルコー

ルパーフルオロポリエーテルとしては、特に粘度が5~5,000cStの液体状のものが好ましく、

例えば次の一般式 (II)



(式中、 $m$ 及び $n$ は分子量が500~10,000となる数を示し、 $n/m$ は0.2~2である。)

で表わされるFOMBLIN HC-04 (平均分子量1,500)、同HC-25 (同3,200)及び同HC-R (同6,600) (以上モンテフロス社製) や、次の一般式 (III)



(式中、 $l$ は4~500の数を示す。)

で表わされるデムナムS-20 (重量平均分子量25,000)、同S-65 (同4,500)、同S-100 (同5,600) 及び同S-200 (同8,400) (以上ダイキン工業社製) などの市販品を使用することができる。

これらパーフルオロ有機化合物は、乳化物の種類、目的等に応じて1種又は2種以上を組合わせ

るパーフルオロポリエーテルとしては、例えばステアリルアルコール、オレイルアルコール等；高級脂肪酸としては、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ラノリン脂肪酸等；シリコンオイルとしては、例えばジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等が挙げられる。

これら油性基剤は、1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に0.5~80%、特に10~80%配合するのが好ましい。

本発明の非水乳化組成物には、前記必須成分のほか、通常用いられる成分、例えば、顔料、染料、界面活性剤、酸化防止剤、香料、色素、アルコール、多価アルコール、防汚剤、紫外線吸収剤、保湿剤、水等を適宜配合することができる。なお、顔料としては、有機顔料、無機顔料、色素等不溶性のものを使用することができるが、これらの顔料を微粒子にしたものを用いてもよく、二種以上の顔料をメカノケミカル的手段を用いて複合化し

た粉体を用いることもできる。更に、顔料の表面に金属石鹸処理、シリコン処理、ジアルキル磷酸処理、パーフルオロカーボン基含有化合物による処理、アミノ酸処理、レシチン処理、コラーゲン処理等をほどこしたものをを用いてもよい。

本発明の非水乳化組成物は、通常の乳化組成物と同様の方法に従って製造することができ、例えば乳液、クリーム、ファンデーション、頬紅、アイシャドー、リップクリーム、口紅等の化粧料をはじめ、医薬品、農薬、日用品などとして適用することができる。

#### 〔作用及び効果〕

本発明において、非水乳化組成物に含まれる液状のパーフルオロ有機化合物は従来の油剤と比較すると、自然界に存在する油や人から分泌される汗及び皮脂と混和することが無いため、例えば化粧料の場合では化粧塗布後の経時による流出がない。このため、本発明の非水乳化組成物は効果の持続性が高く、従来の乳化組成物と比べ著しく向上したものである。また、フッ素系高分子を用い

ることにより安定なF/O型乳化組成物を得ることができ、経時安定性にも優れ、さらに使用時の伸びも良好なものである。

#### 〔実施例〕

次に、実施例を挙げ、本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、これら実施例に限定されるものではない。

#### 実施例 1 クリーム状ファンデーション：

第1表に示す組成のクリーム状ファンデーションを製造し、乳化安定性及び使用感について評価した。結果を第2表に示す。

#### （製 法）

80℃に加温して均一に溶解した成分Aに成分Cを加えてディスパーで均一分散させ、続けてホモミキサーで攪拌しながら80℃に加温した成分Bを滴下して乳化し、成分Dを加える。乳化物を熱交換機にて終温30℃まで冷却し、クリーム状ファンデーションを得た。

#### （評価方法）

##### 乳化安定性：

製造直後及び1ヶ月保存後の乳化状態を、以下の基準で評価した。

○：分離・凝集なし

△：分離・凝集わずかにあり

×：分離・凝集あり

##### 使用感：

専門パネル10名により官能評価を行ない、塗布時の伸び及び化粧もちについて、以下の基準で評価した。

○：10名中7名以上が良好と回答した

△：10名中4～6名が良好と回答した

×：10名中3名以下が良好と回答した

以下余白

第 1 表

(%)

配 合 成 分	本発明品	比較品 1	比較品 2
成分 A スクワラン	14.0	14.0	14.0
オクタメチルシクロ テトラシロキサン	微量	微量	微量
フッ素系高分子(*1)	5.0	—	—
ソルビタンモノステ アレート	—	5.0	5.0
成分 B パーフルオロポリエ ーテル(*2)	41.0	—	41.0
精 製 水	—	41.0	—
成分 C 黒 酸 化 鉄	0.22	0.22	0.22
黄 酸 化 鉄	1.43	1.43	1.43
赤 酸 化 鉄	0.74	0.74	0.74
酸化チタン	9.26	9.26	9.26
ジアルキル磷酸処理 セリサイト	11.43	11.43	11.43
成分 D 香 料	微量	微量	微量

\*1：ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比3/2で平均分子量90,000の共重合体。

尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、

$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{13}$  を用いた。

\*2：FOMBLIN HC-25 (モンテフロス社製)

(結果)

第2表

評価項目 試料	乳化安定性		使用感	
	直後	1ヶ月後	のび	化粧もち
本発明品1	○	○	○	○
比較品1	○	△	△	×
比較品2	△	×	×	△

第2表から明らかなように、本発明のクリーム状ファンデーションは、経時安定性に優れ、使用時ののびが良く、しかも化粧もちに優れたものであった。

## 実施例2 リップクリーム：

(成分) (%)

成分A	スクワラン	12.0
	ワセリン	6.5
	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	12.0
	フッ素系高分子 (*1)	9.4
成分B	パーフルオロポリ エーテル (*2)	60.0
成分C	香料	適量
		484

成分B パーフルオロポリ  
エーテル (\*2)

成分C 香料 適量

\*1: ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比3/2で平均分子量90,000の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{13}$ を用いた。

\*2: FOMBLIN HC-04 (モンテフロス社製)

## (製法)

80℃に加温して均一に溶解、分散した成分Aにホモミキサーで攪拌しながら80℃に加温した成分Bを滴下して乳化し、成分Cを加えた。乳化物を熱交換機にて終温30℃まで冷却し、サンスクリーン剤 (本発明品3) を得た。

## 実施例4 フェイスケアクリーム：

(成分) (%)

成分A	流動パラフィン	20.0
	アスコルビン酸誘導体	0.5
	トコフェロール	0.5

\*1: ペヘニルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比3/1で平均分子量130,000の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{13}$ を用いた。

\*2: FOMBLIN HC-25 (モンテフロス社製)

## (製法)

80℃に加温して均一に溶解した成分Aにホモミキサーで攪拌しながら80℃に加温した成分Bを滴下して乳化し、成分Cを加えた。乳化物をリップクリーム用の容器に流し込み室温に静置して終温30℃まで冷却し、リップクリーム (本発明品2) を得た。

## 実施例3 サンスクリーン剤：

(成分) (%)

成分A	スクワラン	12.0
	紫外線吸収剤	2.0
	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	14.0
	フッ素系高分子 (*1)	9.4
	微粒子酸化チタン	2.5
		485

成分A スクワラン 12.0

成分B パーフルオロポリ 54.9

成分C 香料 適量

\*1: ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比3/2で平均分子量90,000の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{13}$ を用いた。

\*2: FOMBLIN HC-04 (モンテフロス社製)

## (製法)

80℃に加温して均一に溶解、分散した成分Aにホモミキサーで攪拌しながら80℃に加温した成分Bを滴下して乳化し、成分Cを加えた。乳化物を熱交換機にて終温30℃まで冷却し、フェイスケアクリーム (本発明品4) を得た。

## 実施例5 口紅：

(成分) (%)

成分A	流動パラフィン	10.0
-----	---------	------

キャンデリラロウ	7.0
セレシン	3.0
オクタメチルシクロ テトラシロキサン	微量
フッ素系高分子 (*1)	10.0
成分 B パーフフルオロポリ エーテル (*2)	38.0
成分 C 香 料	微量
成分 D ジパーフルオロアルキル 磷酸処理雲母チタン	12.0
有機顔料	1.0
ジパーフルオロアルキル 磷酸処理酸化チタン	1.0

\*1: ベヘニルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比 3/1 で平均分子量 130,000 の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{13}$  を用いた。

\*2: POMBLIN HC-25 (モンテフロス社製)

(製 法)

流動パラフィン 1%、セレシン 1%、有機顔料 1% をロールミルで練り顔料ペーストを作った。

残りの成分 A を 80℃ に加温して均一に溶解し、残りの成分 D と顔料ペーストを加えて均一に加熱混合する。更に、これら混合物をホモミキサーで攪拌しながら 80℃ に加温した成分 B を滴下して乳化し、成分 C を加えた。乳化物を口紅用の容器に流し込み終温 30℃ まで氷浴にて冷却し、口紅 (本発明品 5) を得た。

実施例 2 ~ 5 で製造した本発明品は、いずれも高い乳化安定性を示し、使用時の肌へのびがよく、なおかつ化粧持続性に優れた化粧料であった。

以 上

出願人 花 王 株 式 会 社

代理人 弁理士 有 賀 三 幸

弁理士 高 野 登志雄

弁理士 中 嶋 俊 夫

PTO 2000-2509

CY=JP DATE=19920402 KIND=A  
PN=04100534

NON-AQUEOUS EMULSIFYING COMPOSITION  
[Hisui nyuuka souseibutsu]

Makoto Torizuka

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE  
Washington, DC May 2000

Translated by: Diplomatic Language Services, Inc.



PUBLICATION COUNTRY	(19): JP
DOCUMENT NUMBER	(11): 04100534
DOCUMENT KIND	(12): A (13):
PUBLICATION DATE	(43): 19920402
PUBLICATION DATE	(45):
APPLICATION NUMBER	(21): 02214176
APPLICATION DATE	(22): 19900813
ADDITION TO	(61):
INTERNATIONAL CLASSIFICATION	(51): B01J 13/00; A61K 7/00; B01F 3/08; 17/52
DOMESTIC CLASSIFICATION	(52):
PRIORITY COUNTRY	(33):
PRIORITY NUMBER	(31):
PRIORITY DATE	(32):
INVENTOR	(72): TORIZUKA, MAKOTO
APPLICANT	(71): KAO CORP.
TITLE	(54): NON-AQUEOUS EMULSIFYING COMPOSITION
FOREIGN TITLE	[54A]: HISUI NYUUKA SOUSEIBUTSU

## 1. Title of the Invention

Non-aqueous emulsifying composition

## 2. Claims

1. A non-aqueous emulsifying composition comprising (A), (B), and (C) and exhibiting the distributed state of a perfluoro-organic compound in oil:

(A) a fluorine polymer including a perfluoroalkyl group and alkyl group in the molecule;

(B) a liquid perfluoro-organic compound; and

(C) an oil base.

## 3. Detailed Explanation of the Invention

(Industrial Field of Application)

The present invention relates to a non-aqueous emulsifying composition exhibiting the distributed state of a perfluoro-organic compound phase/oil phase type (F/O type).

(Prior Art and Problems that the Invention is to Solve)

Before now, known emulsifiers included water-in-oil emulsifiers for distributing drops of water in an oil phase and oil-in-water emulsifiers for distributing drops of oil in a water phase. These emulsifiers are widely used in cosmetics, medications, agricultural chemicals, and everyday products and come in many forms depending on their use: milk,

---

\*Numbers in the margin indicate pagination in the foreign text.

cream, and solids.

Among these, emulsifiers that are used in the field of cosmetics have included oil-in-water emulsion cosmetics that have a light, clean feel, but are not long lasting because the makeup is easily wrecked by water or perspiration. [These also include] water-in-oil emulsion cosmetics that can withstand water and perspiration, but are not long lasting because they are easily wrecked by skin oils, and have a heavy, sticky feel. Also, oil-based cosmetics can withstand water and perspiration like water-in-oil emulsion cosmetics, but are not long lasting because they are easily wrecked by skin oils, and have a heavy, sticky feel. For this reason, cosmetics using silicone oils and having good durability are being developed (Tokkai 61-40204, Tokkai 61-65809).

However, even if silicone oil is added to conventional emulsion cosmetics or oil-based cosmetics, skin oils that are secreted over time combine with the cosmetics and break down the cosmetics. For this reason, it would be desirable to develop long lasting cosmetics that do not blend with skin oils and wherein the cosmetic application film withstands water and perspiration. /2

Also, for emulsifying compositions used in fields other than cosmetics, it is necessary that the application film withstand water and oil after the emulsion is applied; long lasting emulsions are desired.

In this way, the development of emulsifying compositions with superior stability, plus long lasting cosmetic and other effects, and that spread well is desirable.

(Means of Solving the Problems)

In view of these facts, the inventor researched diligently and

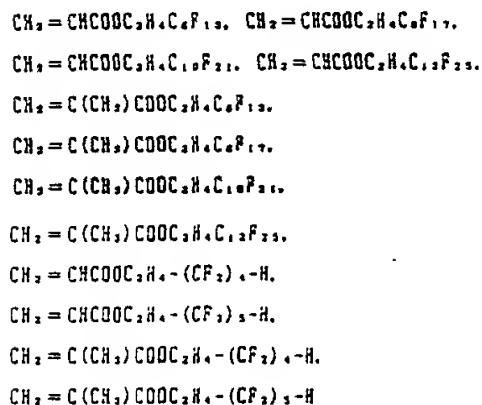
discovered that he could attain an F/O non-aqueous emulsifying composition with long term effects and superior stability and spreading properties by emulsifying a liquid perfluoro-organic compound and oil base using a specific fluorine polymer.

Specifically, the present invention is a non-aqueous emulsifying composition comprising (A), (B), and (C) and exhibiting the distributed state of a perfluoro-organic compound in oil:

- (A) a fluorine polymer including a perfluoroalkyl group and alkyl group in the molecule;
- (B) a liquid perfluoro-organic compound; and
- (C) an oil base.

The fluorine polymer in component (A) of the present invention includes a perfluoroalkyl group and alkyl group in the molecule; [the polymer] preferably has a molecular weight of 500 to 2,000,000, and more preferably 5,000 to 500,000. Also, the relationship between the total number of carbon atoms in the alkyl group ( $N_H$ ) and the total number of carbon atoms in the perfluoroalkyl group ( $N_F$ ) present in the fluorine polymer preferably satisfies this:  $1 \leq N_H/N_F \leq 30$ . This fluorine polymer can be a polymer noted in one of the following: Tokkai 55-9619, 55-29501, 55-45756, 58-118882, 58-118883, 58-59277, 61-73712, and 61-289009; and this polymer is preferably a copolymer of (meth)acrylate bonded with a fluoridated alkyl group and long chain alkyl(meth)acrylate attained by the methods noted in Tokkai 61-289009. Such a copolymer is a copolymer of (meth)acrylate including a C16 to C22 alkyl group and (meth)acrylate including a C4 or higher perfluoroalkyl group or polyfluoroalkyl group. The alkyl(meth)acrylate including a C16 to C22

alkyl group may be an ester of an alcohol such as cetyl alcohol, stearyl alcohol, or behenyl alcohol and (meth)acrylic acid. Also, the (meth)acrylate including a perfluoroalkyl group or polyfluoroalkyl group may be one of the following compounds, for example.



The copolymerization ratio of the long chain alkyl(meth)acrylate and (meth)acrylate bonded with a fluoridated alkyl group is 10:1 to 1:5 (by weight), and preferably 7:1 to 1:1. Also, the molecular weight of this copolymer is preferably 1,000 to 2,000,000, and more preferably 10,000 to 500,000, from the standpoint of wear resistance and stickiness.

Also, commercially available products such as Sarflon SC-101, SC-105, S-381, and S-382 (from Asahi Glass) can be used.

These fluorine polymers can be used alone or in combinations of two or more according to the type and purpose of the emulsion and preferably make up 0.1 to 40 wt% (wt% is shown below as just %); and more preferably 1.0 to 30%, of the entire composition. If less than 0.1%, the effects thereof are not sufficient and a non-aqueous emulsifying composition cannot be formed. If greater than 40%, the viscosity of the oil phase becomes high and the composition becomes difficult to use. /3

The perfluoro-organic compound in component (B) is liquid at room

temperature and, for example, is perfluoroalkane or perfluoropolyether.

Of these, the perfluoropolyether shown in the following Formula (I) is preferred.



(In the formula,  $R^1$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ , and  $R^5$  may be the same or different and show, respectively, fluorine atom, perfluoroalkyl group, or perfluoroalkyloxy group,  $R^2$  shows a fluorine atom or perfluoroalkyl group, and  $p$ ,  $q$ , and  $r$  are numbers greater than 0 for a molecular weight of 500 to 100,000.  $p = q = r = 0$  does not happen.)

Moreover, the perfluoro groups shown in parentheses need not be arrayed in that order and random polymerization and block polymerization are both allowed. Such a perfluoropolyether preferably is a liquid with a viscosity of 5 to 5,000 cSt, and commercially available products such as the following can be used: FOMBLIN HC-04 (average molecular weight 1,500), HC-25 (average molecular weight 3,200), and HC-R (average molecular weight 6,600) (from Monteflos) shown in Formula II:



(In the formula,  $m$  and  $n$  show numbers for a molecular weight of 500 to 10,000;  $n/m$  is 0.2 to 2.)

and Demnam S-20 (average molecular weight 25,000), S-65 (average molecular weight 4,500), S-100 (average molecular weight 5,600) and S-200 (average molecular weight 8,400) (from Daikin Kogyo), shown in Formula III:



(In the formula,  $\ell$  represents a number from 4 to 500).

These perfluoro-organic compounds can be used alone or in combinations of two or more depending on the type and purpose of the emulsion. These preferably make up 10 to 95%, and more preferably 20 to 90%, of the entire composition.

The oil base in component (C) is not limited so long as it is an oil-based material normally used in industry, such as grease, wax, hydrocarbon, ester oil, higher alcohol, higher fatty acid, or silicone oil. The grease may be castor oil, olive oil, avocado oil, palm oil, or cacao butter; the wax may be vegetable wax, lanolin, beeswax, carnauba wax, or candelilla wax; the hydrocarbon may be petrolatum, liquid paraffin, solid paraffin, ceresin, microcrystalline wax, or squalane; the ester oil may be butylester stearate, octyldodecylester myristate, isopropylester myristate, isopropylester lanolin fatty acid, butylester stearate, hexylester lanoleate, oleyl ester oleate, diisopropylester adipate, or diisopropylester sebacate; the higher alcohol may be stearyl alcohol or oleyl alcohol; the higher fatty acid may be lauric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, oleic acid, behenic acid, or lanolin fatty acid; the silicone oil may be dimethylpolysiloxane, methylphenylpolysiloxane, dimethylcyclopolydimethylsiloxane, or methylhydrogen.

These oil bases can be used alone or in combinations of two or more; they preferably make up 0.5 to 80%, and more preferably 10 to 80%, of the total composition.

In addition to the abovementioned necessary components, the non-aqueous emulsifying composition relating to the present invention may also include the usual materials in normal proportions, such as dyes,

pigments, surfactants, antioxidizers, fragrances, coloring materials, alcohol, polyvalent alcohol, stain proofing agents, ultraviolet absorbing agents, moisture retaining agents, and water. Moreover, the pigments may be insoluble materials such as organic pigments, inorganic pigments, or coloring materials. These pigments may be in the form of fine grains or in the form of a powder of two or more types of pigments blended by mechanochemical means. Furthermore, the surface of the pigment may have undergone metallic soap treatment, silicone treatment, dialkylphosphate treatment, treatment with compounds including perfluorocarbon groups, amino acid treatment, lecithin treatment, or collagen treatment. /4

The non-aqueous emulsifying composition relating to the present invention can be prepared according to the same methods used for usual emulsifying compositions; for example, this includes cosmetics such as milk, cream, foundation, rouge, eye shadow, lip balm, lip color, as well as pharmaceutical products, agricultural chemicals, and everyday items. (Operation and Effects)

In the present invention, a liquid perfluoro-organic compound including a non-aqueous emulsifying composition does not blend with oils found in nature or with sweat and skin oils secreted by humans, as compared to a conventional oil base. As a result, when used in a cosmetic product, the cosmetic application film does not flow over time. For this reason, the non-aqueous emulsifying composition relating to the present invention has very long lasting effects and is a marked improvement over conventional emulsifying compositions. Also, a stable F/O emulsifying composition can be attained due to the use of a fluorine



polymer. The composition also has superior stability over time and spreads well.

(Working Examples)

Next, the present invention is explained in further detail using the working examples, but the present invention is not limited by these working examples.

Working Example 1: Cream foundation

A cream foundation with the composition shown in Table 1 was prepared and evaluated for emulsion stability and feel. Table 2 shows the results.

(Method)

Compound A was heated to 80°C and dissolved to a uniform consistency; compound C was added and dispersed uniformly with a disperser. Then, as this mixture was agitated with a homomixer, compound B heated to 80°C was dripped in and emulsified, and compound D was added. The emulsion was cooled to 30°C with a heat exchanger and a cream foundation was attained.

TABLE 1

(%)

Component		Invention	Comparison 1	Comparison 2
Compound A	Squalane	14.0	14.0	14.0
	Octamethylcyclotetrasiloxane	Remainder	Remainder	Remainder
	Fluorine polymer (*1)	5.0	-	-
	Sorbitane monostearate	-	5.0	5.0
Compound B	Perfluoropolyether (*2)	41.0	-	41.0
	Purified water	-	41.0	-
Compound C	Black iron oxide	0.22	0.22	0.22
	Yellow iron oxide	1.43	1.43	1.43
	Red iron oxide	0.74	0.74	0.74
	Titanium dioxide	9.26	9.26	9.26
	Dialkyl phosphate treated sericite	11.43	11.43	11.43
Compound D	Fragrance	Small amount	Small amount	Small amount

\*1: Copolymer, average molecular weight of 90,000, of stearylmethacrylate and perfluoroalkylmethacrylate in a weight ratio of 3/2. Moreover, the perfluoroalkylmethacrylate is  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ .

\*2: FOMBLIN HC-25 (Monteflos)

(Evaluation method)

Emulsion stability:

The state of the emulsion was evaluated according to the following standard directly after preparation and after storage for one month.

O: No separation or coagulation

Δ: Slight separation or coagulation

x: Separation or coagulation

Feel:

Ten panelists made a functional evaluation and used the following standard to evaluate the spreading properties when applied and the

wearing properties.

O: Good, according to 7-10 panelists

Δ: Good, according to 4 to 6 panelists

x: Good, according to 3 or fewer panelists

(Results)

/5

TABLE 2

Sample	Emulsion stability		Feel	
	At preparation	After one month	Spread	Wear
Invention 1	O	O	O	O
Comparison 1	O	Δ	Δ	x
Comparison 2	Δ	x	x	Δ

As understood from Table 2, the cream foundation relating to the present invention had superior stability over time, good spreading properties, and superior wearing properties.

Working Example 2: Lip cream

(Component)	(%)
Compound A	
Squalane	12.0
Vaseline	6.5
Octamethylcyclotetrasiloxane	12.0
Fluorine polymer (*1)	9.4
Compound B	
Perfluoropolyether (*2)	60.0
Compound C	
Fragrance	Appropriate amount

\*1: Copolymer, average molecular weight of 130,000, of behenylmethacrylate and perfluoroalkylmethacrylate in a weight ratio of 3/1. Moreover, the perfluoroalkylmethacrylate is  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ .

\*2: FOMBLIN HC-25 (Monteflos)

(Method)

Compound A was heated to 80°C and dissolved to a uniform consistency. Then, as this was agitated with a homomixer, compound B heated to 80°C was dripped in and emulsified, and compound C was added. The emulsion was poured into a lip balm container and let stand at room temperature until it cooled to 30°C; a lip balm (Invention 2) was attained.

Working Example 3: Sunscreen base

(Component)		(%)
Compound A	Squalane	12.0
	Ultraviolet absorbing agent	2.0
	Octamethylcyclotetrasiloxane	14.0
	Fluorine polymer (*1)	9.4
	Powdered titanium dioxide	2.5
Compound B	Perfluoropolyether (*2)	60.0
Compound C	Fragrance	Appropriate amount

\*1: Copolymer, average molecular weight of 90,000, of stearylmethacrylate and perfluoroalkylmethacrylate in a weight ratio of 3/2. Moreover, the perfluoroalkylmethacrylate is  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ .

\*2: FOMBLIN HC-04 (Monteflos)

(Method)

Compound A was heated to 80°C and dissolved to a uniform consistency. Then, as this was agitated with a homomixer, compound B heated to 80°C was dripped in and emulsified, and compound C was added. The emulsion was cooled to 30°C with a heat exchanger and a sunscreen

base (Invention 3) was attained.

Working Example 4: Face care cream

(Component)		(%)
Compound A	Liquid paraffin	20.0
	Ascorbic acid derivative	0.5
	Tocopherol	0.5
	Octamethylcyclotetrasiloxane	14.0
	Fluorine polymer (*1)	10.0
Compound B	Perfluoropolyether (*2)	54.9
Compound C	Fragrance	Appropriate amount

\*1: Copolymer, average molecular weight of 90,000, of stearylmethacrylate and perfluoroalkylmethacrylate in a weight ratio of 3/2. Moreover, the perfluoroalkylmethacrylate is  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ .

\*2: FOMBLIN HC-04 (Monteflos)

(Method)

Compound A was heated to 80°C and dissolved to a uniform consistency. Then, as this was agitated with a homomixer, compound B heated to 80°C was dripped in and emulsified, and compound C was added. The emulsion was cooled to 30°C with a heat exchanger and a face care cream (Invention 4) was attained.

## Working Example 5: Lip color

/6

(Component)		(%)
Compound A	Liquid paraffin	10.0
	Candelina wax	7.0
	Ceresin	3.0
	Octamethylcyclotetrasiloxane	Remainder
	Fluorine polymer (*1)	10.0
Compound B	Perfluoropolyether (*2)	38.0
Compound C	Fragrance	Small amount
Compound D	Diperfluoroalkyl phosphate-treated titanium isinglass	12.0
	Organic dye	1.0
	Diperfluoroalkyl phosphate-treated titanium dioxide	1.0

\*1: Copolymer, average molecular weight of 130,000, of behenylmethacrylate and perfluoroalkylmethacrylate in a weight ratio of 3/1. Moreover, the perfluoroalkylmethacrylate is  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ .

\*2: FOMBLIN HC-25 (Monteflos)

## (Method)

A dye paste was prepared by processing 1% liquid paraffin, 1% ceresin, and 1% organic dye in a roll mill. The remaining A components were heated to 80°C and dissolved to a uniform consistency; the remaining D components and dye paste were added and uniformly heated and blended. Then while this blend was agitated with a homomixer, component B heated to 80°C was dripped in and emulsified, and component C was added. The emulsion was poured into a lip color container and cooled in

an ice bath to 30°C to attain the lip color (Invention 5).

The inventions prepared in Working Examples 2 to 5 all showed superior emulsion stability and were products that spread well on the skin and were long lasting.